

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

09.07.03

10/517206

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2002年 6月17日

REC'D 29 AUG 2003

出 願 番 号
Application Number: 特願2002-175965

[ST. 10/C]: [JP2002-175965]

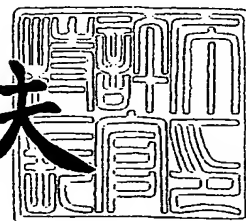
出 願 人
Applicant(s): 積水化学工業株式会社

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年 8月14日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 02P00836

【提出日】 平成14年 6月17日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 H05B 33/04

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府三島郡島本町百山 2 - 1 積水化学工業株式会社
内

【氏名】 島津 宏宣

【特許出願人】

【識別番号】 000002174

【氏名又は名称】 積水化学工業株式会社

【代表者】 大久保 尚武

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 005083

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 有機エレクトロルミネッセンス素子の封止方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 有機エレクトロルミネッセンス素子を、防湿性フィルムと粘着層とからなる封止フィルムにより被覆する有機エレクトロルミネッセンス素子の封止方法であって、

前記粘着層は、光後硬化粘着剤からなるものであることを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子の封止方法。

【請求項 2】 有機エレクトロルミネッセンス素子を保護膜で仮封止した後に、前記有機エレクトロルミネッセンス素子を、封止フィルムにより被覆することを特徴とする請求項 1 記載の有機エレクトロルミネッセンス素子の封止方法。

【請求項 3】 封止フィルムに光を照射した後に、有機エレクトロルミネッセンス素子を、前記封止フィルムにより被覆することを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の有機エレクトロルミネッセンス素子の封止方法。

【請求項 4】 有機エレクトロルミネッセンス素子を囲うように、光後硬化粘着剤層を形成し、

その後、前記光後硬化粘着剤層上にガラス板を被せることを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子の封止方法。

【請求項 5】 有機エレクトロルミネッセンス素子を保護膜で仮封止した後に、有機エレクトロルミネッセンス素子を囲うように、光後硬化粘着剤層を形成することを特徴とする請求項 4 記載の有機エレクトロルミネッセンス素子の封止方法。

【請求項 6】 光後硬化粘着剤に光を照射した後に、有機エレクトロルミネッセンス素子を囲うように、光後硬化粘着剤層を形成することを特徴とする請求項 4 又は 5 記載の有機エレクトロルミネッセンス素子の封止方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、有機エレクトロルミネッセンス素子の封止方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

有機エレクトロルミネッセンス材料（以下、有機EL材料ともいう）を発光層に用いた電界発光素子（以下、有機EL素子ともいう）は、通常、基板上に設けられた一の電極上に、正孔注入層、発光層及び電子注入層が、順次、積層され、更にその上に他の電極が設けられた構造となっている。かかる構成からなる有機EL素子は、自己発光を行うため視認性が良く、固体素子であるため耐衝撃性に優れ、直流低電圧駆動素子を実現するものとして注目を集めている。

【0003】

このような有機EL材料を用いた電界発光素子は、無機薄膜素子（有機分散型無機EL素子）、例えば、ZnS:Mn系の無機薄膜素子に比較して、長期保存信頼性（寿命）に欠ける等の実用性を阻む問題点を有していた。しかし、最近では、有機薄膜層を形成する有機材料の改良、カソード金属材料の改良、パッシベーション（ガスバリア膜）の研究が進み、環境放置信頼性試験においてもその特性が改善されてきており、素子駆動時の半減寿命も1万時間を超える報告がなされている。

【0004】

しかしながら、有機EL素子を構成する発光層、正孔注入層及び電子注入層の材料である発光材料、正孔注入材料及び電子注入材料等の有機固体は、水分、酸素等に侵されやすいという問題が完全に解決されたとは言えない。また、有機固体の上下に設けられている対向電極は、酸化により特性が劣化するため、封止をしていない有機EL素子を大気中で駆動させると発光特性が急激に劣化する。従って、実用的な有機EL素子を得るためには、有機固体に水分や酸素が侵入しないように、また、対向電極が酸化されないように、素子を封止して長寿命化を図る必要がある。

【0005】

有機固体及び対向電極を大気と遮断する方法として、特開平9-148066号公報には、積層構成体部分を、金属又はガラス等の気密容器で封止し、更に気密容器の内部に乾燥剤を入れる方法が開示されており、特開平8-111286号

公報には、積層構成体の表面を、酸化珪素又は窒化珪素の保護膜で覆う方法が開示されており、特開平7-192867号公報には、金属電極の上から紫外線硬化樹脂で被覆する方法が開示されており、特開2000-223264号公報には、無機膜及び有機膜を多層に成膜して大気と遮断する方法が開示されており、特開平5-101884号公報には、防湿性高分子フィルムと熱硬化性粘着層とからなる封止フィルムにより大気と遮断する方法が開示されている。

【0006】

しかしながら、気密容器で封止する方法は、気密容器を設けたことにより厚みが厚くなるとともに重量も重くなるという問題があった。また、酸化珪素や窒化珪素の保護膜で覆う方法は、素子のリペア（障害素子をレーザー等によって焼断させてオープンにする）時や製造作業時等において、物がぶつかることによる傷の発生を防ぐために膜厚を厚くする必要があるが、膜厚を厚くすると残留応力が増して基板を反らせたり、クラックが発生して特性を劣化させ、また、膜厚を厚くすると成膜時間が長くなるという問題があった。また、樹脂のみで覆う方法は、水分の遮断が充分でなく、性能的に問題があった。無機膜及び有機膜を多層化したものは、ある程度の水分は遮断でき、軽量化ができるものの、複数回の成膜は、時間及びコストがかかるという問題があった。また、防湿性高分子フィルムと粘着層とからなる封止フィルムにより封止する方法では、粘着層を硬化する際に、素子を直接加熱したり、素子に光を照射したりするため、素子が劣化するという問題があった。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、上記に鑑み、有機エレクトロルミネッセンス素子を直接加熱したり、素子に光を照射したりすることなく、有機エレクトロルミネッセンス素子を簡易に封止することができ、長寿命の有機エレクトロルミネッセンス素子とすることができる有機エレクトロルミネッセンス素子の封止方法を提供することを目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】

本発明 1 は、有機エレクトロルミネッセンス素子を、防湿性フィルムと粘着層とからなる封止フィルムにより被覆する有機エレクトロルミネッセンス素子の封止方法であって、前記粘着層は、光後硬化粘着剤からなるものである有機エレクトロルミネッセンス素子の封止方法である。

【0009】

本発明 2 は、有機エレクトロルミネッセンス素子を囲うように、光後硬化粘着剤層を形成し、その後、前記光後硬化粘着剤層上にガラス板を被せる有機エレクトロルミネッセンス素子の封止方法である。

以下に本発明を詳述する。

【0010】

図 1 は、本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子（有機 EL 素子）の封止方法において、封止の対象となる有機 EL 素子の一例を模式的に示す断面図である。

図 1 に示すように、本発明に係る有機 EL 素子 20 は、基板 1 上に、陽極 2、正孔注入層 3、正孔輸送層 4、発光層 5、電子注入層 6 及び陰極 7 が、順次、積層された構造となっている。

なお、本発明に係る有機 EL 素子の構造は、図 1 に示す構造に限定されず、例えば、少なくとも陽極 2 及び陰極 7 の間に発光層 5 が形成されていれはよいが、素子の性能を向上させるという点から、図 1 に示す有機 EL 素子 20 のように、正孔注入層 3、正孔輸送層 4 及び電子注入層 6 が形成された構造が好ましい。

【0011】

本発明 1 の有機 EL 素子の封止方法では、まず、防湿性フィルムと粘着層とからなる封止フィルムを作製する。

【0012】

図 2 は、上記封止フィルムを模式的に示す断面図である。

図 2 に示すように、本発明に係る封止フィルム 30 は、防湿性フィルム 8 と粘着層 9 とから構成されている。

なお、図 2 においては、有機 EL 素子の外表面上に被覆する前の封止フィルムを示しており、粘着層 9 の防湿性フィルム 8 が形成された面の反対側面には、離型

フィルム 10 が形成されている。

【0013】

防湿性フィルム 8 は、外部からの水分の侵入を防ぐ重合体フィルムであり、単層の透湿度の小さいフィルムからなるものであってもよく、複数の層の透湿度の小さいフィルムからなるものであってもよい。防湿性フィルム 8 が、複数の層の透湿度の小さいフィルムからなる場合、一般的には、透湿度の小さいフィルムと、吸湿性のあるフィルム又は吸水剤を塗布したフィルムとからなり、これらが積層された構成となっている。また、耐湿性を向上させるべく、上記透湿度の小さいフィルムは、アルミニウム、酸化アルミニウム、酸化珪素、窒化珪素等の薄膜が蒸着等により形成されたものであってもよい。

【0014】

上記透湿度の小さいフィルムの具体例としては、例えば、三フッ化ポリエチレン、ポリ三フッ化塩化エチレン (PCTFE)、ポリビニリデンフルオライド (PVDF)、PVDF と PCTFE との共重合体、PVDF とポリフッ化塩化エチレンとの共重合体等のポリフッ化エチレン系ポリマー、ポリイミド、ポリカーボネート、ジシクロペンタジエン等のシクロオレフィン系樹脂、ポリエチレンテレフタレート等のポリエステル、ポリエチレン、ポリスチレン等が挙げられる。なかでも、透湿度が 50°C 、湿度 90% において、 $0.5\text{ g}/(\text{m}^2 \cdot 24\text{ h})$ 以下のフィルムが好ましい。

【0015】

上記吸湿性のあるフィルムの具体例としては、例えば、ナイロン 6、ナイロン 6・6 等のポリアミド系ポリマー、ビニルアルコールとアクリル酸との共重合体、ポリエチレンオキサイド系重合体、アクリル酸と澱粉との共重合体、澱粉とアクリロニトリルとの共重合体等の高吸水性ポリマー等が挙げられる。

【0016】

上記吸水剤の具体例としては、例えば、シリカゲル、モレキュラーシーブ、酸化カルシウム、酸化バリウム、酸化ストロンチウム等のアルカリ土類金属の酸化物等が挙げられる。

【0017】

防湿性フィルム 8 の厚さの下限は $10\ \mu\text{m}$ 、上限は $1000\ \mu\text{m}$ であることが好ましく、下限は $100\ \mu\text{m}$ 、上限は $500\ \mu\text{m}$ であることが特に好ましい。

【0018】

本発明 1 の有機 EL 素子の封止方法では、粘着層 9 は、光後硬化粘着剤からなる。

上記光後硬化粘着剤は、光硬化する前は粘着性を示し、光硬化後は、粘着性よりもむしろ接着性を示し、このような光後硬化粘着剤としては特に限定されず、例えば、少なくとも光カチオン重合性化合物、光カチオン重合開始剤、粘着性ポリマー及び充填剤を含むものであることが好ましい。

【0019】

上記光カチオン重合性化合物は、光によりカチオン重合が進行して最終的に接着強度が発現する化合物であり、このような光カチオン重合性化合物としては特に限定されず、例えば、エポキシ基含有化合物、オキセタン化合物、オキソラン化合物等の環状エーテル化合物、環状エステル化合物、ビニルエーテル化合物、プロペニルエーテル化合物等が挙げられ、耐湿性及び膜物性の点から多官能エポキシ化合物が好ましい。

【0020】

上記エポキシ基含有化合物としては特に限定されず、例えば、ビスフェノール A 系エポキシ樹脂、水添ビスフェノール A 系エポキシ樹脂、ビスフェノール F 系エポキシ樹脂、ノボラック型エポキシ樹脂、脂肪族環式エポキシ樹脂、臭素化エポキシ樹脂、ゴム変成エポキシ樹脂、ウレタン変成エポキシ樹脂、グリシジルエステル系化合物、エポキシ化ポリブタジエン、エポキシ化スチレン-ブタジエン-スチレン共重合体（エポキシ化 S B S）等が挙げられる。上記エポキシ基を有する化合物は、硬化後に高い接着性及び耐久性を発現させることができる。

【0021】

上記光カチオン重合開始剤は、光の照射により上記光カチオン重合性化合物を重合又は硬化させる化合物であり、このような光カチオン重合開始剤としては特に限定されず、例えば、感光性オニウム塩類や感光性有機金属錯体等が挙げられる。これらの光カチオン重合開始剤は、例えば、上記光カチオン重合性化合物がエ

ポキシ基含有化合物である場合、光の照射により上記エポキシ基を開環重合させることができる。

【0022】

また、光カチオン重合性化合物がエポキシ基含有化合物である場合、上記光カチオン重合開始剤としては、感光性オニウム塩化合物であることが好ましい。上記光カチオン重合性化合物のエポキシ基の開環重合を速やかに引き起こすエネルギー強度と、粘着層 9 への透過性とのバランスを図ることができることから、粘着層 9 の硬化反応を進行させるために照射する光としては、300 nm 以上、800 nm 以下の波長の紫外線が好適に用いられるが、上記感光性オニウム塩化合物は、このような波長の紫外線の照射により活性化される化合物だからである。なお、粘着層 9 の硬化反応を進行させるために照射する光については、後で詳述する。

【0023】

上記粘着性ポリマーとしては、粘着層 9 に常温での粘着性と、シート凝集力とを与えることができるものであれば特に限定されず、例えば、アクリル系ポリマー、ポリエステル類、ポリウレタン類、シリコーン類、ポリエーテル類、ポリカーボネート類、ポリビニルエーテル類、ポリ塩化ビニル類、ポリ酢酸ビニル類、ポリイソブチレン類等が挙げられる。また、上記粘着性ポリマーは、これらのポリマーの主成分としてのモノマーを含む共重合体であってもよい。なかでも、従来から優れた初期粘着力を発揮するため、粘着剤の主成分として慣用されており、かつ、粘着物性の制御が容易であることから、アクリル系ポリマー又はポリエステル類が好ましい。

【0024】

上記充填剤としては特に限定されず、例えば、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、クレー、シリカ、マイカ、タルク、酸化チタン、アスベスト等の無機充填剤、レーヨン、アクリル繊維、ナイロン繊維、ガラス繊維、炭素繊維、セルロース等の繊維、ガラスバルーン、シラスバルーン、塩化ビニリデンバルーン、アクリルバルーン等の中空状充填剤、ナイロンビーズ、アクリルビーズ、シリコンビーズ等の有機球状体、尿素メラミン樹脂粉末、アクリル樹脂粉末、フェノール樹脂

粉末等の合成樹脂粉末、木粉、果実殻粉等の天然物粉末、これらの表面処理物等、従来公知の各種充填剤が挙げられる。これらは、単独で用いられてもよく、2種以上が併用されてもよい。

【0025】

粘着層 9 には、本発明の目的を阻害しない範囲で、必要に応じて、粘着層 9 の硬化を遅延させるために、脂肪族水酸基含有化合物、ポリエーテル類、アルコキシシラン類、シロキサン類、シラノール類等、密着性向上剤、補強剤、軟化剤、可塑剤、粘度調整剤等の各種添加物が 1 種、又は、2 種以上含有されていてもよい。

【0026】

上記光後硬化粘着剤は、光を照射してから粘着ができなくなるまでの可使時間は 5 分以上であることが好ましい。可使時間が 5 分未満であると、有機 EL 素子の外表面上を封止フィルムにより被覆する前に、粘着層 9 の硬化が進行してしまい、十分な接着強度が得られなくなることがある。

【0027】

また、粘着層 9 の厚さは、上記光後硬化粘着剤の種類、及び、目的とする光後硬化粘着剤の可使時間等を考慮して適宜調整されるが、1 ~ 1000 μm 程度であることが好ましい。

【0028】

防湿性フィルム 8 と粘着層 9 とからなる封止フィルム 30 は、例えば、上述した粘着層 9 となる材料を熔融混合したり、粘着層 9 となる材料を溶剤に溶解したりして混合組成物を調製し、この混合組成物を、防湿性フィルム 8 の表面にホットメルト塗工やキャスト塗工等の公知の塗工方法により塗工することで作製することができる。

【0029】

離型フィルム 10 は、粘着層 9 の表面を保護する目的で形成されており、この離型フィルム 10 は、有機 EL 素子 20 の外表面上を、封止フィルム 30 で被覆する際に剥ぎ取られるものである。

離型フィルム 10 は、離型性を有するフィルムであれば特に限定されず、例えば

、紙、ポリエチレンテレフタレート（PET）等のポリエステル、アルミ箔等からなる基材表面に、シリコン系材料からなる剥離剤をコートしたもの等が挙げられる。

【0030】

次に、有機EL素子20を封止フィルム30により被覆する。

本発明1の有機EL素子の封止方法では、有機EL素子20を、封止フィルム30で被覆する前に、図3に示すように、封止フィルム30から剥離フィルム10を剥離し、粘着層9が形成された面側から光を照射する。

なお、図3は、本発明1の有機EL素子の封止方法の一工程を示す断面図である。

【0031】

上記光の波長としては、上述した光カチオン重合開始剤が、光カチオン重合性化合物の重合又は硬化を開始させることができる波長であれば特に限定されず、光カチオン重合開始剤の感光波長に応じて適宜選択される。

また、上記光の照射量としては特に限定されず、上記光カチオン重合開始剤の種類や粘着層9の厚さ等により適宜決定される。

このような波長及び照射量の光を照射する照射光源としては特に限定されず、例えば、蛍光ランプ、高圧水銀灯、キセノン灯等が挙げられる。また、上記光は、粘着層9に直接照射してもよく、石英ファイバーや反射鏡等を利用して粘着層9に光線を導いてもよい。

【0032】

封止フィルム30に光を照射した後、図4に示すように、上述した粘着層9の可使用時間内に、封止フィルム30の粘着層9形成側面と、有機EL素子20の外表面とが接触するように、封止フィルム30で、有機EL素子20を被覆する。

そして、手、ローラー等により封止フィルム30を有機EL素子20の外表面に圧着することで、有機EL素子20を、封止フィルム30により封止する。

【0033】

図4は、本発明1の有機EL素子の封止方法により、封止フィルムで封止された有機EL素子の断面を模式的に示す断面図であり、図4において、有機EL素子

20の陽極2及び陰極7の引き出し端子部は、封止フィルムで被覆されずに、基板1の外縁部付近まで導出されている。

【0034】

本発明1の有機EL素子の封止方法では、有機EL素子を封止フィルムにより被覆する際には、常温及び常圧にて行うことができるが、水分の制御が行われた空間内で行うことが好ましい。有機EL素子を封止する際に水分が侵入することを確実に防止するためである。

【0035】

また、有機EL素子を封止フィルムにより被覆する際、有機EL素子の全体を封止フィルムで被覆することが好ましいが、本発明1の有機EL素子の封止方法では、必ずしも有機EL素子の全体を封止フィルムで被覆する必要はなく、少なくとも、有機EL素子を構成する材料のうち、外気と接触することで、水分や酸素に侵されたり、酸化されたりして有機EL素子の発光特性が劣化する部分を封止フィルムで被覆すればよい。従って、本発明1の有機EL素子の封止方法では、有機EL素子の陽極の一部（外縁部付近や側面部分等）を封止フィルムで被覆しなくてもよい。

【0036】

また、本発明1の有機EL素子の封止方法は、図5に示すように、有機EL素子20を保護膜11で仮封止した後に、封止フィルム30を有機EL素子20に被覆することが好ましい。有機EL素子20を、水分や衝撃等から確実に保護することができるからである。

なお、図5に、保護膜で仮封止された後に、封止フィルムで封止された有機EL素子の断面を模式的に示す断面図である。

【0037】

保護膜11としては特に限定されず、例えば、 $\text{Si}_x\text{N}_y\text{O}_z$ 、Al、 Al_2O_3 、DLC（ダイヤモンドライクカーボン）等の無機又は金属膜、ポリイミド、ポリパラキシリレン等の有機膜等が挙げられる。

保護膜11は、例えば、真空中におけるプラズマCVDやスパッタ、真空蒸着等により、有機EL素子20上に形成することができる。

【0038】

本発明1の有機EL素子の封止方法によれば、有機EL素子を被覆する封止フィルムの粘着層に光後硬化粘着剤を用いるため、上記封止フィルムの粘着層にのみ光を照射することで、有機EL素子を封止することができる。

従って、有機EL素子に直接光が照射されることがないため、素子を痛めることなく、簡易に有機EL素子を封止することができる。

【0039】

本発明2の有機EL素子の封止方法は、有機EL素子を囲うように、光後硬化粘着剤層を形成し、その後、上記光後硬化粘着剤層上にガラス板を被せる。

【0040】

本発明2の有機EL素子の封止方法では、有機EL素子を囲うように光後硬化粘着剤層を形成する。

この際、有機EL素子の全体を囲うように光後硬化粘着剤層を形成することが好ましいが、本発明2の有機EL素子の封止方法では、必ずしも有機EL素子の全体を囲うように光後硬化粘着剤層を形成する必要はなく、少なくとも、有機EL素子を構成する材料のうち、外気と接触することで、水分や酸素に侵されたり、酸化されたりして有機EL素子の発光特性が劣化する部分を囲うように、光後硬化粘着剤層を形成すればよい。従って、本発明2の有機EL素子の封止方法では、有機EL素子の陽極の一部（外縁部付近や側面部分等）を囲わないように、光後硬化粘着剤層を形成してもよい。

【0041】

本発明2の有機EL素子の封止方法では、まず、図6に示すように、その上下に離型フィルム10、11が貼り付けられた環状の光後硬化粘着剤層13を作製する。

【0042】

光後硬化粘着剤層13の材料としては、本発明1の有機EL素子の封止方法において説明した粘着層9の材料と、同様のものを挙げることができるため、ここでは、その詳しい説明を省略する。

【0043】

光後硬化粘着剤層 13 は、例えば、離型フィルム 11 の表面に、有機 EL 素子の側面と接触するように形成してもよく、有機 EL 素子の側面と接触しないように、有機 EL 素子よりも少し大きめに形成してもよい。

但し、光後硬化粘着剤層 13 の厚さは、有機 EL 素子の上面と同じか、有機 EL 素子の上面よりも高くなるように調整する必要がある。光後硬化粘着剤層 13 上にガラス板を被せるためである。

【0044】

離型フィルム 10 は、光後硬化粘着剤層 13 の保護フィルムとして機能し、離型フィルム 11 は、光後硬化粘着剤層 13 の支持体として機能するものであり、このような離型フィルム 10 及び 11 としては特に限定されず、例えば、本発明 1 の有機 EL 素子の封止方法において説明した離型フィルム 10 と同様のものが挙げられる。従って、ここではその詳しい説明を省略する。

なお、離型フィルム 10 と離型フィルム 11 とは、光後硬化粘着剤層 13 に対する剥がれ易さに差をつけておくことが好ましい。後述するが、光後硬化粘着剤層 13 に光を照射する場合、先に一方の離型フィルム 10 を剥離する必要があり、離型フィルム 10 と離型フィルム 11 との剥がれ易さに差をつけていないと、離型フィルム 10 のみを剥がすことができなくなる恐れがある。

【0045】

次に、図 7 に示すように、一方の離型フィルム 10 を剥がし、光後硬化粘着剤層 13 側から光を照射する。

上記光としては、本発明 1 の有機 EL 素子の封止方法で説明した光と同様の光が挙げられるため、ここでは、その詳しい説明を省略する。

【0046】

次に、光後硬化粘着剤層 13 に光を照射した後、光後硬化粘着剤層 13 の可使時間内に、光後硬化粘着剤層 13 を、離型フィルム 11 が形成された状態で有機 EL 素子を囲うように被せる。即ち、この時点で、有機 EL 素子は、その外周部分が、光後硬化粘着剤層 13 により囲われ、その上面部分が、離型フィルム 11 で覆われた状態となっている。

【0047】

次に、離型フィルム 11 を剥がすことで、有機 EL 素子 20 を囲うように、光後硬化粘着剤層 13 を形成する。

なお、図 8 は、本発明 2 の有機 EL 素子の封止方法の一工程を模式的に示す断面図であり、図 8 において、有機 EL 素子 20 の陽極 2 及び陰極 7 の引き出し端子部は、光後硬化粘着剤層 13 で囲われずに、基板 1 の外縁部付近まで導出されている。

【0048】

そして、光後硬化粘着剤層上にガラス板を被せた後、手、ローラー等により圧着することで、有機 EL 素子を光後硬化粘着剤層及びガラス板により封止する。

なお、図 9 は、本発明 2 の有機 EL 素子の封止方法により、光後硬化粘着剤層 13 及びガラス板 12 で封止された、有機 EL 素子の断面を模式的に示す断面図である。

【0049】

本発明 2 の有機 EL 素子の封止方法では、本発明 1 の有機 EL 素子の封止方法と同様に、有機 EL 素子を囲うように、光後硬化粘着剤層を形成し、この光後硬化粘着剤層上にガラス板を被して圧着する際には、常温及び常圧にて行うことができるが、水分の制御が行われた空間内で行うことが好ましい。有機 EL 素子を封止する際に水分が侵入することを確実に防止するためである。

【0050】

また、本発明 2 の有機 EL 素子の封止方法は、本発明 1 の有機 EL 素子の封止方法と同様に、有機 EL 素子を保護膜で仮封止した後、有機 EL 素子を囲うように、光後硬化粘着剤層を形成することが好ましい。有機 EL 素子を、水分や衝撃等から確実に保護することができるからである。

なお、上記保護膜については、本発明 1 の有機 EL 素子の封止方法において説明した保護膜 11 と同様にして形成することができるため、ここでは、その詳しい説明を省略する。

【0051】

なお、本発明 2 の有機 EL 素子の封止方法は、図 10 に示すように、有機 EL 素子を被覆するように光後硬化粘着剤層 130 を形成し、この光後硬化粘着剤層上

にガラス板を被せる形態であってもよい。

【0052】

図10は、本発明2の有機EL素子の封止方法の別の形態により封止された、有機EL素子の断面を模式的に示す断面図であり、図10において、有機EL素子20の陽極2及び陰極7の引き出し端子部は、光後硬化粘着剤層で被覆されずに、基板1の外縁部付近まで導出されている。

【0053】

本形態に係る有機EL素子は、有機EL素子を被覆することができる形状の光後硬化粘着剤層を作製し、該光後硬化粘着剤層に光を照射した後、有機EL素子を被覆し、光後硬化粘着剤層上にガラス板を被せることで封止することができる。この際、有機EL素子の全体を被覆するように光後硬化粘着剤層を形成することが好ましいが、本形態に係る本発明2の有機EL素子の封止方法では、必ずしも有機EL素子の全体を被覆するように光後硬化粘着剤層を形成する必要はなく、少なくとも、有機EL素子を構成する材料のうち、外気と接触することで、水分や酸素に侵されたり、酸化されたりして有機EL素子の発光特性が劣化する部分を被覆するように、光後硬化粘着剤層を形成すればよい。従って、本形態に係る本発明2の有機EL素子の封止方法では、有機EL素子の陽極の一部（外縁部付近や側面部分等）を被覆しないように、光後硬化粘着剤層を形成してもよい。

【0054】

本発明2の有機EL素子の封止方法によれば、光後硬化粘着剤層を用いており、上記光後硬化粘着剤層にのみ光を照射することで、有機EL素子を封止することができる。即ち、有機EL素子に直接光を照射することがないため、素子を痛めることなく、簡易に有機EL素子を封止することができる。

【0055】

【実施例】

以下、実施例を掲げて本発明を更に詳しく説明するが、本発明はこれら実施例のみに限定されるものではない。

【0056】

実施例1

(1) 有機EL素子の作製

25mm×25mm×0.7mmの大きさのガラス基板に、ITO電極を100nmの厚さで成膜したものを透明支持基板とした。

上記透明支持基板を、アセトンで15分間超音波洗浄、アルカリ水溶液で15分間超音波洗浄、イオン交換水で15分間超音波洗浄、イソプロピルアルコールで15分間超音波洗浄、沸騰させたイソプロピルアルコールで10分間超音波洗浄の順番で洗浄した後、更に、UV-オゾンクリーナ（日本レーザー電子社製、NL-UV253）にて、直前処理を行った。

【0057】

次に、この洗浄を行った透明支持基板を真空蒸着装置（日本真空技術社製）の基板ホルダに固定し、素焼きの坩堝にN', N-ジ（1-ナフチル）-N, N'-ジフェニルベンジジン（ α -NPD）を200mg入れ、また、異なる素焼きの坩堝にトリス（8-ヒドロキシキノリル）アルミニウム（Alq3）を200mg入れ、真空チャンバー内を、 1×10^{-4} Paまで減圧した。

【0058】

次に、 α -NPD入りのボートを加熱し、 α -NPDを蒸着速度15Å/sで透明支持基板に堆積させ、膜厚600Åの正孔輸送層を成膜した。このときの透明支持基板の温度は室温であった。

続いて、上記正孔輸送層を形成した透明支持基板を、真空槽から取り出すことなく、もう一つの坩堝を加熱し、Alq3を蒸着速度15Å/sで正孔輸送層に堆積させ、膜厚600Åの発光層（Alq3膜）を形成した。

【0059】

次に、一旦、正孔輸送層と、発光層とを形成した透明支持基板を真空チャンバーから取り出し、タングステン製抵抗加熱ボートにフッ化リチウムを200mg入れ、タングステン製フィラメントにアルミニウム線を1.0g巻き付けた。

次に、上記正孔輸送層と、発光層とを形成した透明支持基板を、再度真空チャンバー内にセットして、真空槽を 2×10^{-4} Paまで減圧した。

そして、タングステン製抵抗加熱ボートを加熱して、フッ化リチウムを蒸着速度0.2Å/sで発光層に堆積させ、膜厚5Åの電子注入層を成膜し、続いて、タ

ングステン製フィラメントを加熱して、アルミニウムを蒸着速度 20 \AA/s で電子注入層に堆積させ、膜厚 1000 \AA の陰極を成膜することで、有機EL素子を作製した。

【0060】

(2) 封止フィルムの作製

光カチオン重合性化合物として、エポキシ樹脂（ビスフェノールAグリシジルエーテル、油化シェルエポキシ社製 エピコート828）を用いた。

また、光カチオン重合開始剤として、芳香族スルホニウム6フッ化アンチモン塩（旭電化工業社製 アデカオプトマーSP170）を用いた。

また、粘着性ポリマーとして、テレフタル酸25モル%、イソフタル酸25モル%、エチレングリコール、ネオペンチルグリコール17.5モル%、ビスフェノールAのエチレングリコール付加物17.5モル%、及び、テトラメチレンエーテルグリコール25モル%が共重合されたポリエステルを用いた。

【0061】

上記光カチオン重合性化合物を20重量部と、上記光カチオン重合開始剤を1重量部と、上記粘着性ポリマーを80重量部と、メチルエチルケトンに150重量部とを、ホモディスパー型攪拌混合機（商品名「ホモディスパーL型」、特殊機化社製）を用いて攪拌速度 3000 min^{-1} (rpm) で均一に攪拌混合して、光後硬化型エポキシ樹脂組成物を調製した。

【0062】

次に、防湿性フィルムとして、厚さ $200 \mu\text{m}$ のシクロオレフィンポリマー「ゼノア 1020R」（日本ゼノア社製）を使用し、バーコータを用いて、塗工後の厚みが $100 \mu\text{m}$ となるように、上記光後硬化型エポキシ樹脂組成物を上記防湿性フィルム上に塗工し、乾燥させて、光後硬化粘着剤からなる粘着層を形成し、封止フィルムを作製した。

そして、上記封止フィルムの粘着層形成面に、離型フィルムとして、シリコーン離型処理が施されたPETフィルムの離型処理面をラミネートした。

【0063】

(3) 有機EL素子の封止

上記封止フィルムの離型フィルムを剥離した後、封止フィルムの粘着層形成面に、超高圧水銀灯を用いて、波長 365 nm の紫外線を、照射量が $2400 \text{ mJ} / \text{cm}^2$ となるように照射した。

その後、速やかに封止フィルムを、窒素ガスを流通させたグローブボックス内に移した上記有機 EL 素子の外表面上に被覆し、手にて上記封止フィルムを圧着して、有機 EL 素子の封止を行った。

【0064】

このようにして封止を行った有機 EL 素子を、温度 60℃、湿度 90% の条件下に 720 時間放置した後、有機 EL 素子を通電 (10 V) させたところ、ダークスポットやダークライン (即ち、非発光部分) を生じることなく、規定された発光面で均一に発光した。

【0065】

実施例 2

まず、実施例 1 と同様にして有機 EL 素子を作製した。

次に、実施例 1 と同様にして光後硬化型エポキシ樹脂組成物を調製し、支持体として、離型処理が施された厚み 50 μm の PET フィルム (離型フィルム) 上に、バーコータを用いて塗工後の厚みが 100 μm となるように、上記光後硬化型エポキシ樹脂組成物を上記 PET フィルム上に塗工し、乾燥させて、光後硬化粘着剤層を形成した。なお、上記光後硬化粘着剤層は、その内部に有機 EL 素子の正孔輸送層、発光層、電子注入層及び陰極を囲うことができる筒状とした。

次に、上記光後硬化粘着剤層の PET フィルム非形成面に、保護フィルムとして、シリコーン離型処理が施された PET フィルム (離型フィルム) の離型処理面をラミネートした。

【0066】

次に、上記保護フィルムとしての PET フィルムを剥離した後、光後硬化粘着剤層形成面に、超高圧水銀灯を用いて、波長 365 nm の紫外線を、照射量が $2400 \text{ mJ} / \text{cm}^2$ となるように照射した。

その後、速やかに上記支持体としての PET フィルムが形成された状態の光後硬化粘着剤層を、窒素ガスを流通させたグローブボックス内に移した上記有機 EL

素子陽極上であって、正孔輸送層、発光層、電子注入層及び陰極の外周部分を囲うように被せ、上記支持体としてのPETフィルムを剥離することで、有機EL素子の陽極上であって、正孔輸送層、発光層、電子注入層及び陰極の外周部分を囲うように光後硬化粘着剤層を形成した。

そして、上記光後硬化粘着剤層上に、 $25\text{ mm} \times 25\text{ mm} \times 0.7\text{ mm}$ の大きさのガラス板を被せた後、手にて圧着し、有機EL素子の封止を行った。

【0067】

このようにして封止を行った有機EL素子を、温度 60°C 、湿度 90% の条件下に720時間放置した後、有機EL素子を通電(10 V)させたところ、ダークスポットやダークライン(即ち、非発光部分)を生じることなく、規定された発光面で均一に発光した。

【0068】

比較例 1

実施例1で作製した有機EL素子を、封止フィルムで封止しなかった。

そして、この有機EL素子を、温度 60°C 、湿度 90% の条件下に放置したところ、100時間後には、有機EL素子は全く発光しなくなった。

【0069】

【発明の効果】

本発明は、上記の構成よりなるので、有機エレクトロルミネッセンス素子に直接熱や光を照射することがなく、有機エレクトロルミネッセンス素子を簡易に封止することができ、長寿命の有機エレクトロルミネッセンス素子とすることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】

有機エレクトロルミネッセンス素子を模式的に示す断面図である。

【図2】

本発明1の有機EL素子の封止方法に係る封止フィルムの一例を模式的に示す断面図である。

【図3】

本発明 1 の有機 EL 素子の封止方法における一工程を模式的に示す断面図である。

【図 4】

本発明 1 の有機 EL 素子の封止方法により封止した有機 EL 素子を模式的に示す断面図である。

【図 5】

本発明 1 の有機 EL 素子の封止方法により封止した別の有機 EL 素子を模式的に示す断面図である。

【図 6】

本発明 2 の有機 EL 素子の封止方法に係る光後硬化粘着剤層を模式的に示す断面図である。

【図 7】

本発明 2 の有機 EL 素子の封止方法における一工程を模式的に示す断面図である。

【図 8】

本発明 2 の有機 EL 素子の封止方法における一工程を模式的に示す断面図である。

【図 9】

本発明 2 の有機 EL 素子の封止方法により封止した有機 EL 素子を模式的に示す断面図である。

【図 10】

本発明 2 の有機 EL 素子の封止方法により封止した別の有機 EL 素子を模式的に示す断面図である。

【符号の説明】

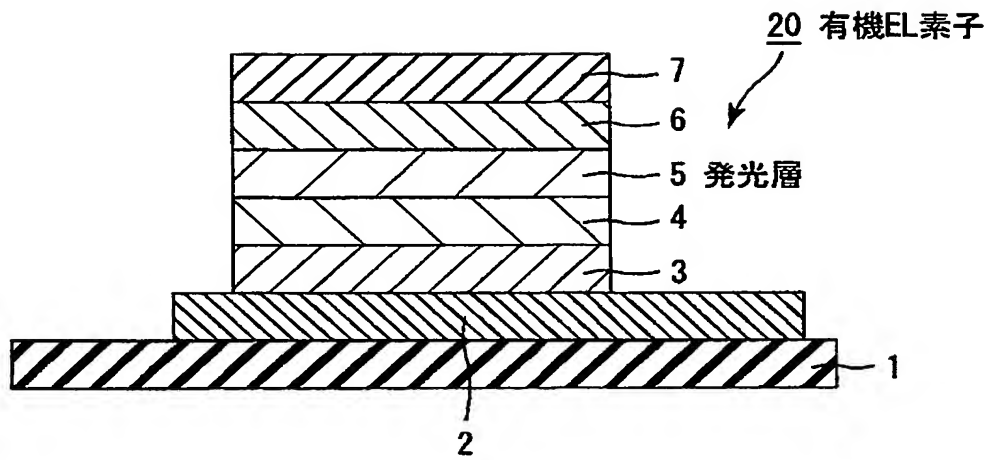
- 1 基板
- 2 陽極
- 3 正孔注入層
- 4 正孔輸送層
- 5 発光膜

- 6 電子注入層
- 7 陰極
- 8 防湿性フィルム
- 9 粘着層
- 1 0、1 1 離型フィルム
- 1 2 ガラス板
- 1 3 光後硬化粘着剤層
- 2 0 有機 E L 素子
- 3 0 封止フィルム

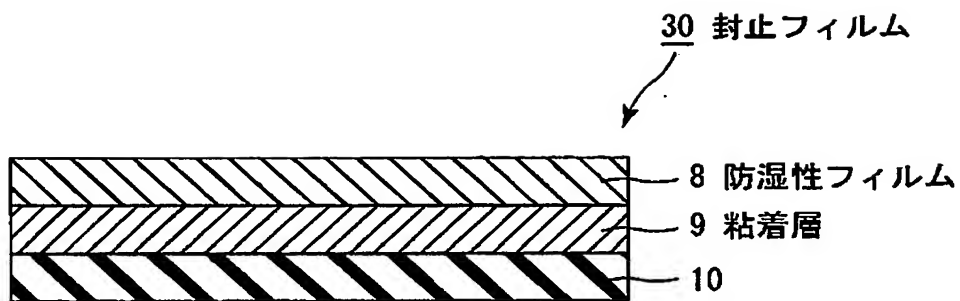
【書類名】

図面

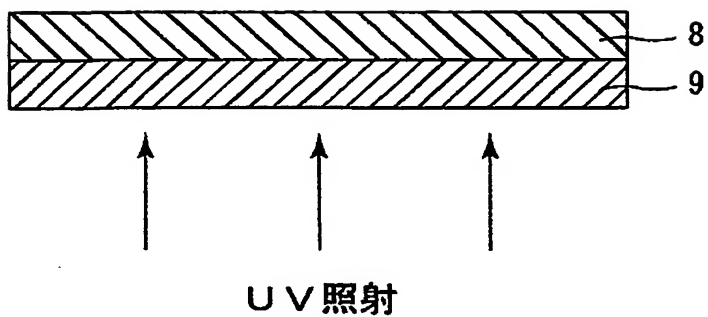
【図 1】



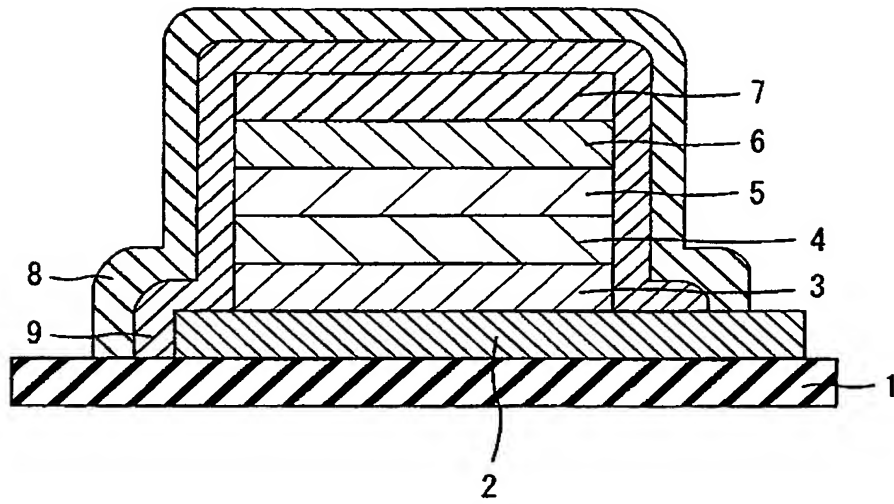
【図 2】



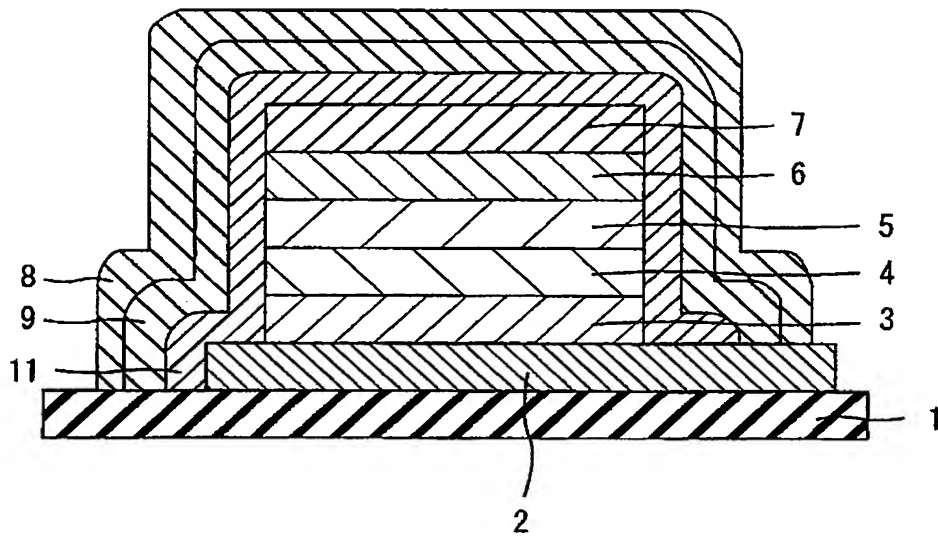
【図 3】



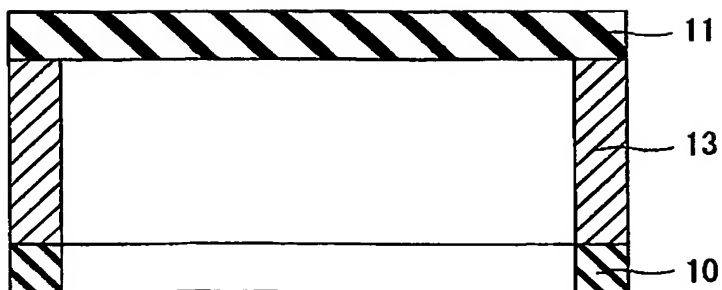
【図 4】



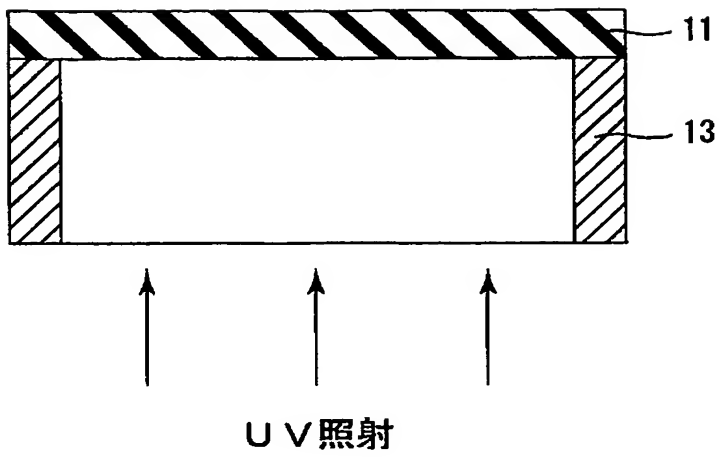
【図 5】



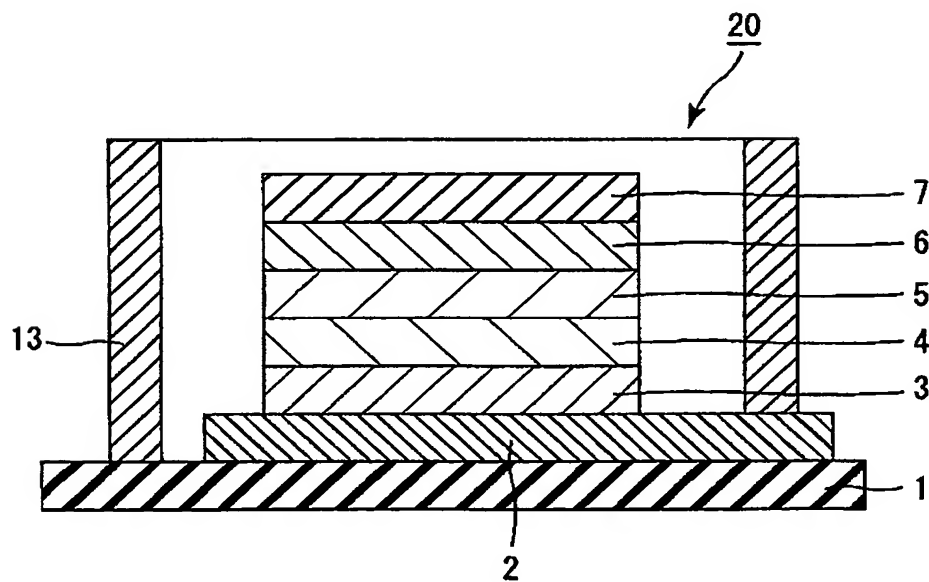
【図 6】



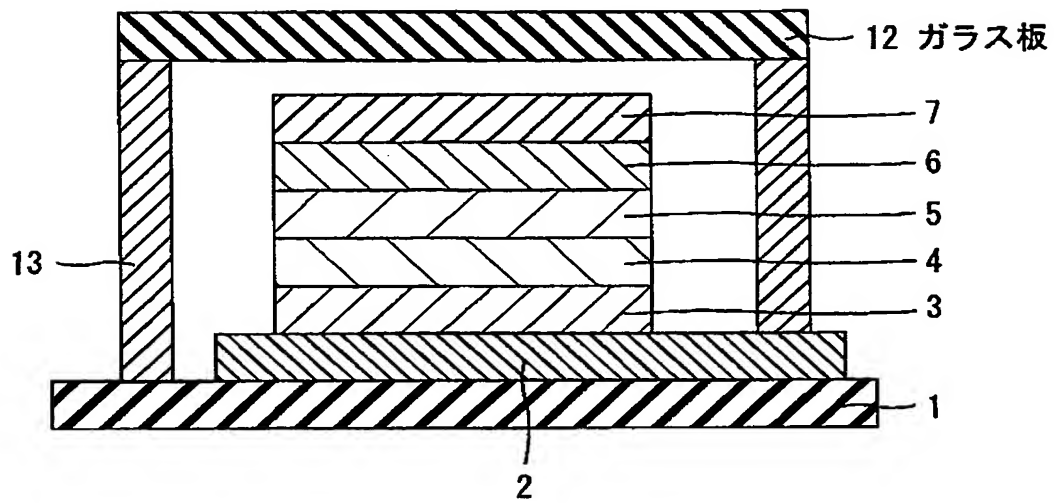
【図 7】



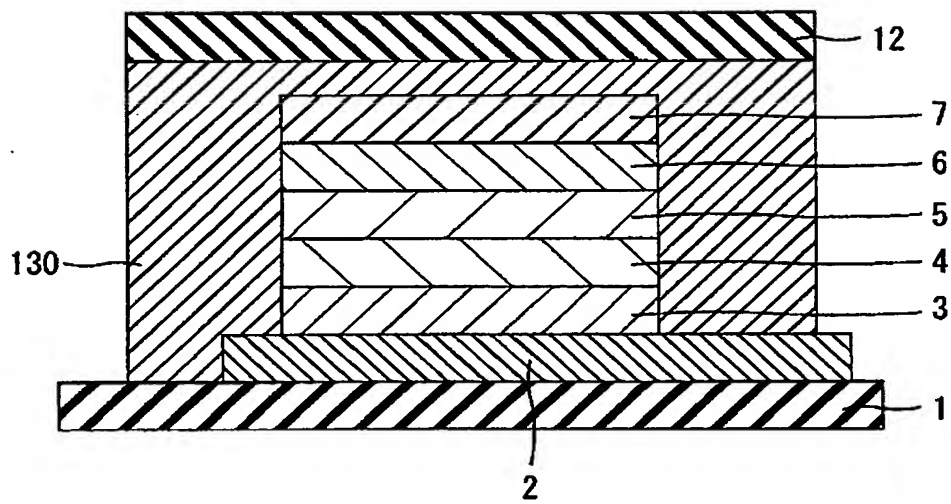
【図 8】



【図 9】



【図 10】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 有機エレクトロルミネッセンス素子に直接熱や光を照射することがなく、有機エレクトロルミネッセンス素子を簡易に封止することができ、有機エレクトロルミネッセンス素子を長寿命とすることができる有機エレクトロルミネッセンス素子の封止方法を提供する。

【解決手段】 有機エレクトロルミネッセンス素子を、防湿性フィルムと粘着層とからなる封止フィルムにより被覆する有機エレクトロルミネッセンス素子の封止方法であって、前記粘着層は、光後硬化粘着剤からなるものである有機エレクトロルミネッセンス素子の封止方法。

【選択図】 図 4

特願 2002-175965

出願人履歴情報

識別番号

[000002174]

1. 変更年月日 1990年 8月29日
[変更理由] 新規登録
住 所 大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号
氏 名 積水化学工業株式会社
2. 変更年月日 2003年 4月 7日
[変更理由] 名称変更
住所変更
住 所 大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号
氏 名 積水化学工業株式会社
3. 変更年月日 2003年 5月 9日
[変更理由] 住所変更
住 所 大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号
氏 名 積水化学工業株式会社